

Mitscherlich's kwantitatieve stikstofbepaling voor  
zeer kleine hoeveelheden

DOOR

D. J. HISSINK.

In zeer vele gevallen is het van groot gewicht uiterst kleine hoeveelheden stikstof kwantitatief te kunnen bepalen.

Zoo bijv. bevat drainwater soms slechts sporen van stikstofverbindingen. Bij bodembacteriologische onderzoekingen gaat het ook om de bepaling van enkele milligrammen stikstof. De methode MITSCHERLICH<sup>1)</sup> voor grondonderzoek behandelt den bodem met koolzuurhoudend water bij 30° C. en moet derhalve in staat zijn zeer kleine hoeveelheden N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, K<sub>2</sub>O, CaO en MgO kwantitatief te be-

---

<sup>1)</sup> Eine chemische Bodenanalyse für pflanzenphysiologische Forschungen von E. A. MITSCHERLICH; Landw. Jahrbücher, 36 (1907), 309.

palen. Volgens sommige onderzoekers <sup>1)</sup> wordt de productiviteit der verschillende zeegebieden o. m. bepaald door de stikstofverbindingen, zoodat ook hier nauwkeurige bepalingen van groot belang zijn.

Nu behoort eene nauwkeurige bepaling van zeer kleine hoeveelheden stikstof ongetwijfeld tot de lastige opgaven der analytische chemie en ik meen derhalve den lezers van het chemisch weekblad geen ondiens te bewijzen met eene door MITSCHERLICH uitgewerkte methode mede te deelen, <sup>2)</sup> die nauwkeurig is tot op  $\pm 0.01$  milligram stikstof, zoodat mij ook bleek bij het toepassen er van in MITSCHERLICH'S laboratorium.

Eene afgemeten hoeveelheid der vloeistof, waarvan het stikstofgehalte bepaald moet worden, wordt gebracht in een kolf. Voor hoeveelheden van 250–800 cc. wordt een literkolf, voor kleinere hoeveelheden een  $\frac{1}{2}$ -literkolf gebruikt. Na toevoeging van 3 gram DEVARDA'S legering, wordt de kolf gesloten met een destillatie-opzet volgens HUGERSHOFF, waarvan het vrije uiteinde uitloopt in een tweede  $\frac{1}{2}$ -literkolf, die gevuld is met 10 cc. normaal zwavelzuur en ongeveer 50 cc. water. Men brengt nu door den opzet 50 cc. geconcentreerde natronloog in de eerste kolf en sluit af met de stop. De eerste kolf wordt vervolgens verhit (in den aanvang met kleine vlam) en de vloeistof zooveel mogelijk afgedestilleerd. Als eindpunt wordt genomen het oogenblik, waarop de groote bellen verdwijnen en nog slechts kleine donkere blaasjes aan de oppervlakte zich vertoonen. De vloeistof in de tweede kolf kan onderwijl ingedampt worden op ongeveer 200 cc.

Bij deze destillatie gaan nu over de ammoniakstikstof en de nitraat- en nitrietstikstof, na eerst tot ammoniakstikstof gereduceerd te zijn, en blijft de organische stikstof in de eerste kolf achter. Deze wordt na toevoeging van 50 cc. water (om het springen der kolven te voorkomen) en 60 cc. geconcentreerd zwavelzuur gedeestruerd. Het eindpunt, dat zich kenmerkt door het blauw worden der massa, wordt bereikt ongeveer 30 minuten nadat de vloeistof niet meer schuimt. Na bekoeling wordt opgelost met de vloeistof uit kolf 2.

Op de eerste kolf wordt nu wederom een opzet volgens HUGERSHOFF geplaatst, die door een stukje slang verbonden wordt met een glazen buis. Deze glazen buis komt uit op den bodem van een kolf (inhoud

<sup>1)</sup> Nitraten, nitrieten en ammoniak in zeewater door W. E. RINGER en mej. I. M. P. KLINGEN; dit weekblad, 1908, No. 10, blz. 147.

<sup>2)</sup> Eine quantitative Stickstoffanalyse für sehr geringe Mengen von E. A. MITSCHERLICH und F. HERZ; Landw. Jahrbücher, Band 38 (1909), 279.

ongeveer 250 cc.). De stop van deze laatste kolf is dubbel doorboord; door de tweede opening gaat eene buis van gesmolten kwarts, die uitkomt in een Erlenmeyerkolf.

De Erlenmeyerkolf wordt gevuld met 10 of 25 cc.  $\frac{1}{50}$  normaal zwavelzuur benevens 50 cc. gedestilleerd water. In de eerste kolf wordt eenig zink gebracht, om bij het koken het stooten tegen te gaan en verder 120 cc. geconcentreerde natronloog. Na het heet worden der kwartsbuis wordt 20 minuten gedestilleerd onder afkoeling van den Erlenmeyer. Teruggetitreerd wordt met  $\frac{1}{50}$  normaal natronloog. Als indicator wordt gebruikt eene oplossing van 1 gram kongorood in 1 liter alcohol van 50 %.

Voor verdere bijzonderheden, alsmede voor de grootte der verschillende fouten, wordt verwezen naar het oorspronkelijke stuk.

Wageningen, Rijkslandbouwproefstation,  
Maart 1909.

---